

A1

(19)



JAPANESE PATENT OFFICE

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: 07003261 A

(43) Date of publication of application: 06 . 01 . 95

(51) Int. Cl.

C09K 11/78  
C09K 11/08

(21) Application number: 05144612

(22) Date of filing: 16 . 06 . 93

(71) Applicant: MATSUSHITA ELECTRON CORP

(72) Inventor: HARUKI SHIGERO

(54) PRODUCTION OF FLUORESCENT SUBSTANCE

(57) Abstract

**PURPOSE:** To obtain an improved fluorescent substance having an enhanced brightness, which is a boric acid salt of rare earth materials activated by terbium, generating light in a vacuum ultraviolet region by the rare gas discharge.

**CONSTITUTION:** A rare earth oxide of the formula  $a(R_1X, TbX)_2O_3 \cdot bB_2O_3$  (where R is at least one of Y,

La and Gd, X is a molar amount, and b/a is a molar ratio) is weighed to make  $0.06 \leq X \leq 0.12$ , where the oxide is produced by heat decomposition of an oxalic acid salt obtained by co-precipitation. Boric acid is weighed to make  $1.0 \leq b/a \leq 1.3$ , and after mixing with the said oxide, the mixture is burned in a reducing atmosphere by shutting out oxygen to obtain the fluorescent substance with higher brightness than the current ones.

**COPYRIGHT:** (C)1995,JPO

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平7-3261

(43) 公開日 平成7年(1995)1月6日

(51) Int.Cl.<sup>6</sup>

C 0 9 K 11/78

11/08

識別記号

CPK

庁内整理番号

9159-4H

B 9159-4H

F I

技術表示箇所

審査請求 未請求 請求項の数 1 O L (全 3 頁)

(21) 出願番号

特願平5-144612

(22) 出願日

平成5年(1993)6月16日

(71) 出願人

000005843

松下電子工業株式会社

大阪府高槻市幸町1番1号

(72) 発明者

春木 繁郎

大阪府門真市大字門真1006番地 松下電子工業株式会社内

(74) 代理人

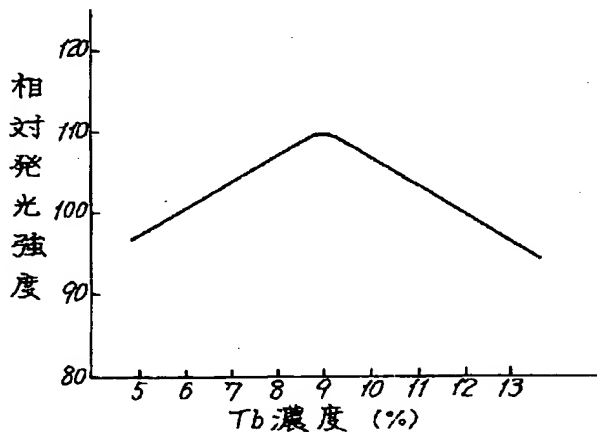
弁理士 小鍛冶 明 (外2名)

(54) 【発明の名称】 蛍光体の製造方法

(57) 【要約】

【目的】 希ガス放電による波長147nmである真空紫外領域で発光するテルビウム付活希土類ホウ酸塩蛍光体の輝度を向上する。

【構成】 一般式が  $a(R_{1-x}, Tb_x)_2O_3 \cdot bB_2O_3$  (ただし、R は Y, La および Gd のうちの少なくとも1種からなり、かつ X はモル量、 $b/a$  はモル比を示す) で表される希土類酸化物を、 $0.06 \leq X \leq 0.12$  となるように秤量する。共沈法により得たシュウ酸塩を加熱分解し、酸化物とする。ホウ酸を  $1.0 \leq b/a \leq 1.3$  となるように秤量し、酸化物に混合した後、酸素を遮断した還元雰囲気中で焼成を行うことにより、従来のものより高輝度である蛍光体を得られる。



## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 一般式が  $a(R_{1-x}, Tb_x)_2O_3 \cdot bB_2O_3$  (ただし、R は Y, L a および G d のうちの少なくとも 1 種からなり、かつ X をモル量とし、 $b/a$  をモル比としたとき、 $0.06 \leq X \leq 0.12$ ,  $1.0 \leq b/a \leq 1.3$ ) で表される希土類酸化物およびホウ酸を還元雰囲気中で焼成することを特徴とする蛍光体の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は蛍光体の製造方法、特に希ガス放電による波長 147 nm の真空紫外域発光緑色蛍光体、さらに詳しくはテルビウム付活希土類ホウ酸塩蛍光体の製造方法に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】 近年、ディスプレイの大型化、平面化が要望されており、希ガス放電による真空紫外領域での発光を利用するカラープラズマディスプレイパネルの研究開発が進められている。

【0003】 この真空紫外領域で励起・発光する蛍光体として、テルビウム付活希土類ホウ酸塩蛍光体が知られている。

【0004】 従来、テルビウム付活希土類ホウ酸塩蛍光体の製造方法については、空气中で焼成が行われていた。

## 【0005】

【発明が解決しようとする課題】 しかしながら、このような従来の方法では、空气中で焼成されているため、発光に関与する 3 価の原子価のテルビウムが効率よく得られてなかった。

【0006】 本発明は、効率よく 3 価のテルビウムを得、したがって高輝度の蛍光体を得ることのできる蛍光体の製造方法を提供するものである。

## 【0007】

【課題を解決するための手段】 本発明の蛍光体の製造方法は、一般式が  $a(R_{1-x}, Tb_x)_2O_3 \cdot bB_2O_3$  (ただし、R は Y, L a および G d のうちの少なくとも 1 種からなり、かつ X をモル量とし、 $b/a$  をモル比としたとき、 $0.06 \leq X \leq 0.12$ ,  $1.0 \leq b/a \leq 1.3$ ) で表される希土類酸化物およびホウ酸を還元雰囲気中で焼成するものである。

## 【0008】

【作用】 かかる構成により、蛍光体の発光輝度を向上することができる。

## 【0009】

【実施例】 以下、本発明の実施例について図面を用いて説明する。

【0010】 まず、蛍光体原料として、酸化イットリウム 20.55 g、酸化テルビウム 3.29 g、6 規定硝酸 150 ml、シュウ酸・二水和物 42 g を用意する。

【0011】 上記希土類酸化物を加熱した上記硝酸に溶解させた後、純水を加えて溶液 A を作る。

【0012】 次に、上記シュウ酸を加熱した純水に溶かし、溶液 B を作る。この溶液 B を溶液 A に加えて、上記希土類をシュウ酸塩として共沈させ、これを水洗した後、乾燥させる。これをアルミナるつぼ等の耐熱性容器に入れて、電気炉中で 800℃～1000℃ でシュウ酸塩を加熱分解し、希土類酸化物 22.7 g を得る。

【0013】 このようにして得られた酸化物にホウ酸を 11.8 g 秤量し、乳鉢等でよく混合する。その後、耐熱性容器に入れ、窒素と水素との混合ガスを充填させて酸素を遮断し、1100℃～1300℃ の温度で、3 時間～6 時間焼成することで、 $(Y, Tb)_2O_3 \cdot 1.1B_2O_3$  28.1 g を得る。

【0014】 このようにして、テルビウム付活希土類ホウ酸塩蛍光体を得る。図 1 にその発光スペクトル図を示す。図 1 から、この蛍光体は 544 nm に最大ピークが見られ緑色蛍光体であることが確認できる。

【0015】 本発明実施例によるテルビウム付活希土類ホウ酸塩蛍光体の発光強度を、空气中で焼成する従来の製造方法によって得られたテルビウム付活希土類ホウ酸塩蛍光体の発光強度を 100 として、相対比較をした実験結果を図 2 および図 3 に示す。

【0016】 図 2 に示す実験結果から、モル量 X は  $0.06 \leq X \leq 0.12$  の範囲が好ましい。すなわち、X が 0.06 未満の場合、テルビウム濃度が希薄なため、付活剤として十分に役割を果たすことができず、発光強度が不十分となる。一方、X が 0.12 を越える場合は、テルビウムが過剰混合となり、濃度消光が起こるため、発光強度が低下する。

【0017】 また、図 3 に示す実験結果から、モル比  $b/a$  は  $1.0 \leq b/a \leq 1.3$  の範囲が好ましい。すなわち、 $b/a$  が 1.0 未満の場合は、化学量論的にホウ酸の量が不足し、化学組成的に不安定となり、十分な発光強度を得ることができない。また、 $b/a$  が 1.3 を越える場合は、過剰となったホウ酸が不純物として働くため、発光強度が低下する。

【0018】 上記実施例によれば、従来の製造方法と比較して 20% の発光強度の向上が図れる。

## 【0019】

【発明の効果】 以上説明したように、本発明によれば、従来の製造方法と比較して最大 20% の発光強度向上効果を得ることができる。したがって、本発明は希ガス放電による真空紫外領域での発光を利用するカラープラズマディスプレイパネル等に有用なものである。

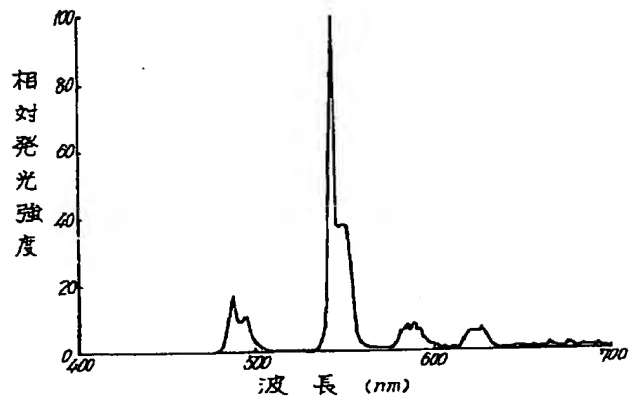
## 【図面の簡単な説明】

【図 1】 本発明の製造方法によって得られた蛍光体の発光スペクトルを示す図

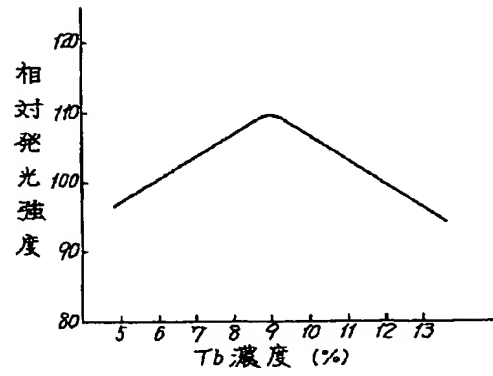
【図 2】 本発明の実施例におけるモル量 X を変化させて製造した蛍光体の相対発光強度を示す図

【図 3】 本発明の実施例におけるモル比  $b/a$  を変化させて製造した蛍光体の相対発光強度を示す図

【図 1】



【図 2】



【図 3】

